

УДК 677.014

В.Г. Бабашов¹, Е.В. Степанова¹, А.М. Зимичев¹, О.В. Басаргин¹**ОКСИДНЫЕ НЕПРЕРЫВНЫЕ ВОЛОКНА КАК КОМПОНЕНТ ГИБКОЙ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ИЗОЛЯЦИИ**

Работа посвящена получению гибких непрерывных керамических волокон на основе тугоплавких оксидов алюминия и кремния по золь-гель методу. Исследованы процессы перехода водорастворимых компонентов раствора прекурсоров в оксидную форму при первичном обжиге гелированных волокон. Проведены исследования структурных и фазовых превращений в волокнах при высокотемпературном нагреве. Показана последовательность фазовых переходов от аморфного состояния до кристаллической стабильной фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Исследована зависимость механических свойств образцов оксидных волокон от температуры обжига. Определены условия получения гибких волокон для текстильной переработки в трещено-крученые термостойкие нити. Изготовлена партия нитей с дополнительным введением органических нитей для защиты оксидных волокон. Показана возможность изготовления из оксидных волокон гибкой высокотемпературной изоляции в виде оплетки для уплотнительных шнуров и проводников тока.

Ключевые слова: непрерывные волокна, оксид алюминия, теплоизоляция, линейная плотность, прочность на разрыв, термостойкость.

V.G. Babachov¹, E.V. Stepanova¹, A.M. Zimichev¹, O.V. Basargin¹**OXIDE CONTINUOUS FIBERS AS A PART OF FLEXIBLE HIGH TEMPERATURE INSULATION**

This work is devoted to the production of flexible continuous ceramic fibers based on refractory aluminum and silicon oxides using the Sol-gel method. The processes of transition of water-soluble components of the precursor solution to the oxide form during primary firing of gelled fibers are studied. Structural and phase transformations in fibers under high-temperature heating are examined. The sequence of phase transitions from the amorphous state to the crystal stable phase of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ is shown. The dependence of the mechanical properties of oxide fiber samples on the firing temperature is studied. The conditions for obtaining flexible fibers for textile processing into thrown-twisted heat-resistant yarns are determined. A batch of yarns has been made with additional introduction of organic yarns to protect oxide fibers. The article shows the possibility of manufacturing flexible high-temperature insulation from oxide fibers in the form of a braid for sealing cords and current conductors.

Keywords: continuous fibers, alumina, heat insulation, linear density, tensile strength, heat resistance.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

С развитием производства современных материалов, требующих высоких температур для нагрева при выплавке и термообработке, возрастают требования к качеству теплоизоляционных материалов в связи с необходимостью длительной стойкости при высоких температурах. Теплоизоляционные материалы должны обладать низкой

теплопроводностью с целью уменьшения потерь тепла в зоне работы персонала и обеспечивать экономию энергоносителей при работе термического оборудования. Вместе с тем развитие техники требует применения материалов, надежно работающих при нагреве в условиях воздействия агрессивных газовых сред, излучений и высоких давлений [1–3]. В настоящее время ведутся интенсивные исследования по разработке теплоизоляционных материалов на основе тугоплавких оксидов: Al_2O_3 , ZrO_2 , SiO_2 . По химической стойкости оксиды намного превосходят бескислородные материалы, такие как углеродные или на основе карбида кремния, которые интенсивно окисляются при нагреве [4].

Для высокотемпературного применения в настоящее время востребованы непрерывные волокна на основе оксида алюминия и кремния, как в качестве высокотемпературной теплоизоляции, так и в качестве армирующих компонентов композиционных материалов [5, 6]. Теплоизоляционные материалы на основе оксидных волокон особенно востребованы для авиакосмического применения, поскольку на их основе возможно достигнуть сочетания таких свойств, как высокая термостойкость, химическая инертность и малая плотность.

Особый интерес вызывают гибкие теплоизоляционные материалы для теплозащиты конструктивных элементов сложной геометрической формы. На основе оксидных волокон возможно изготовление гибких высокотемпературных уплотнительных теплоизоляционных материалов, работающих при температурах $>1500^\circ\text{C}$, таких как маты и уплотнительные шнуры [7]. Используемые в настоящее время непрерывные тугоплавкие оксидные волокна для высокотемпературного применения содержат в своем составе основную долю оксида алюминия в количестве от 60 до 99% в сочетании с другими оксидами – чаще всего оксидом кремния, муллитом, оксидом циркония [8].

Основной проблемой при переработке оксидных керамических волокон в теплозащитные изделия, такие как теплоизоляционные маты, ткани и уплотнительные шнуры, является их природная хрупкость [9, 10]. Оксидные волокна, как и другие керамические материалы, имеют крайне низкие значения пластичности. В связи с этим при изгибе на поверхности керамического материала растягивающие напряжения превышают предел прочности и материал разрушается. Известно, что гибкость волокна обратно пропорциональна его диаметру, поэтому предпочтительно получение волокна с малым диаметром для повышения его гибкости, что необходимо для обеспечения его дальнейшей переработки в текстильные изделия.

Получение волокон вытяжкой из расплавов оксидов алюминия с температурой плавления $\sim 2000^\circ\text{C}$ технологически трудно осуществить, поэтому для получения непрерывных волокон из оксида алюминия все известные изготовители волокон использовали золь-гель технологию [11–15], которая обеспечивает получение материала требуемого состава и заключается в приготовлении золя на основе водных растворов прекурсоров тугоплавких оксидов. В раствор прекурсоров добавляют различные органические полимеры для придания ему волокнообразующих свойств. После упаривания раствор превращается в высоковязкий прядомый гель. Затем проводят формование непрерывных волокон путем экструзии формовочного раствора через фильеры. В процессе формования волокон по так называемому «сухому способу» экструдированные волокна высушиваются горячим воздухом. Полученные таким образом волокна на заключительном этапе нагревают в камерной печи. При обжиге волокна освобождаются от органических составляющих и летучих компонентов, а прекурсоры преобразуются в оксидную форму [16].

При изготовлении теплоизоляционных изделий, таких как термостойкие нити, уплотнительные шнуры и ткани, оксидные волокна зачастую не выдерживают

знакопеременных нагрузок при перемотке, крутке и прохождении по направляющим текстильного оборудования. Поэтому перед изготовителями оксидного непрерывного волокна остро стоит проблема поиска технических решений его текстильной переработки.

Таким образом, при производстве высокотемпературной изоляции для узлов и агрегатов возникают задачи не только получения высокотемпературных волокон, но и изготовления из них теплозащитных изделий.

Цель данной работы – определение возможности применения материала из непрерывных волокон тугоплавких оксидов для изготовления гибкой уплотнительной изоляции для устройств, работающих в агрессивной газовой среде и выдерживающих длительный нагрев при высокой температуре.

Материалы и методы

В работе получали гибкие непрерывные волокна толщиной не более 10–12 мкм из оксидов алюминия и кремния из растворов с содержанием основного компонента оксида алюминия в количестве не менее 80%. Вязкость растворов определяли на реометре Physica MCR 501 ANTONPAAR. Диаметр волокна исследовали на оптическом микроскопе Olympus BX51 при увеличении $\times 20$. Термогравиметрические и калориметрические испытания образцов при непрерывном нагреве проводили на приборе Setaram. Прочность нити на разрыв определяли на разрывной машине «Инстрон» с базой испытания 25 мм при скорости нагружения 2 мм/мин. Фазовый состав материалов определяли на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2. Для идентификации фаз полученные дифрактограммы сопоставляли с данными таблиц PDF2. Съемку образцов проводили при $\text{Cu } K_\alpha$ -излучении в интервале углов 2θ от 20 до 70 градусов по точкам с шагом 0,05 градуса и экспозицией в каждой точке 2 с. Сканирующую электронную микроскопию осуществляли на электронном микроскопе Hitachi S-405A при ускоряющем напряжении 25 кВ.

Результаты и обсуждение

Для получения многофиламентной нити волокнообразующий раствор экструдировали через фильеру с 80 капиллярами с диаметром капилляров 0,4 мм (рис. 1).



Рис. 1. Экструдирование через фильеру формовочного раствора прекурсоров для получения оксидных волокон

Формирование нити осуществляли сухим способом. Удаление растворителя из волокна после его экструзии осуществляли встречным потоком сухого горячего воздуха [16–18]. Одновременно с сушкой проводили вытяжку волокна с помощью вращающихся приемных барабанов (рис. 2).

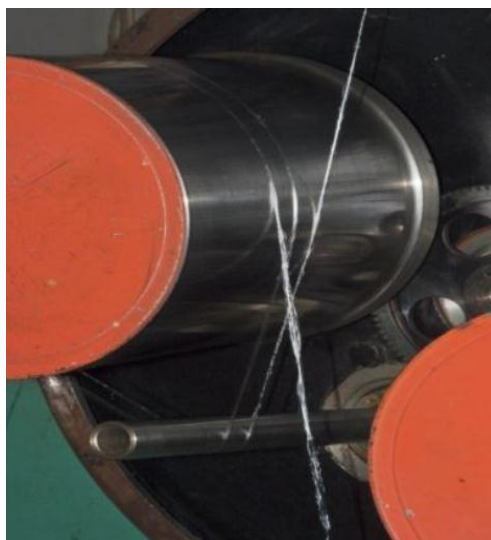


Рис. 2. Вытягивание волокна на приемном барабане

Регулирование скорости вращения барабана от 30 до 150 м/мин позволяло изменять степень вытяжки волокна. Вытяжка еще не высушенного волокна после экструзии из фильеры позволяла уменьшать его диаметр.

При вращении вытяжных барабанов измеряли линейную скорость на их поверхности и получали средние значения диаметра волокна при постоянном давлении экструзии:

Скорость вращения барабана, м/мин	20	40	80	100	150
Средний диаметр волокна, мкм	12,2	8,6	7,6	7	6

Видно, что диаметр формируемого волокна постепенно уменьшался с увеличением скорости вращения барабана. Уменьшение диаметра волокна происходит до определенного предела, после которого волокно не выдерживает натяжения и обрывается.

В процессе формования наблюдается зависимость диаметра волокна от исходной вязкости формовочного раствора при постоянной линейной скорости вытяжки:

Вязкость исходного раствора, Па·с	120	90	80	70
Средний диаметр волокна, мкм	23	16	12	8

Для высоковязких растворов характерна тенденция получения более толстых волокон.

Методами сканирующей электронной микроскопии исследованы размеры и качество поверхности (рис. 3) полученных керамических волокон. Для изготовления гибкого теплоизоляционного материала регулированием скорости вытяжки обеспечивали получение первичной нити, состоящей из волокон, средний диаметр которых не превышал 10 мкм.

Проведены исследования фазовых переходов и определение тепловых эффектов при воздействии температуры на непрерывные оксидные волокна, полученные в результате экструзии, с целью определения оптимальной температуры термообработки волокон. На рис. 4 показаны гравиметрическая и калориметрическая кривые при нагреве образца с комнатной температуры до 1300 °С. Термогравиметрическая кривая (ТГ) показывает изменение массы образца при нагреве, кривая дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) – тепловые эффекты, происходящие в образце при его нагревании.

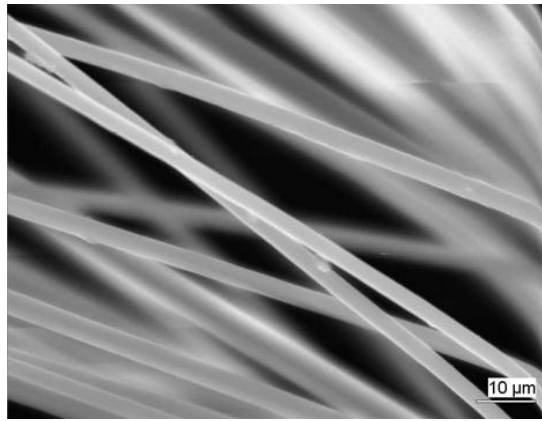


Рис. 3. Размеры и качество поверхности непрерывных волокон

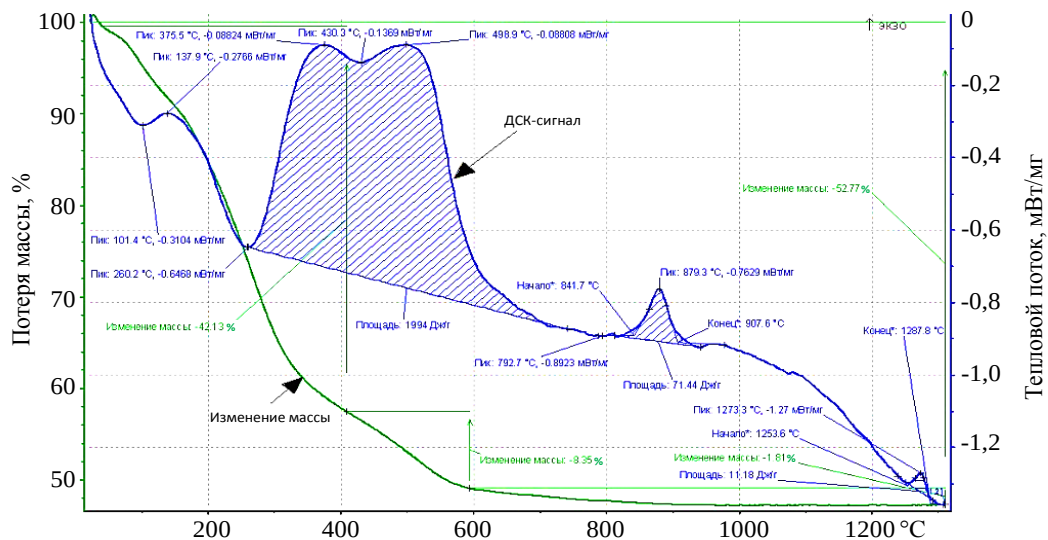
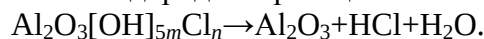


Рис. 4. Термические процессы при нагреве со скоростью 5 К/мин на воздухе волокна на основе оксида алюминия

Анализ ТГ- и ДСК-диаграмм, полученных при непрерывном нагреве образцов волокна после экструзии, показывает, что потеря массы волокон до 40% происходит в интервале температур 50–650 °С. Уменьшение массы образцов в интервале температур 50–150 °С можно объяснить продолжением удаления остаточной воды из волокна, так как процесс сопровождается поглощением тепла. В ходе дальнейшего повышения температуры до 600 °С продолжается снижение массы образцов вследствие процесса выгорания органической составляющей волокна, которая внесена в качестве волокнообразующего компонента в состав формовочного раствора поливиниловым спиртом. После нагрева более температуры 700 °С масса волокна практически не изменяется, что свидетельствует о полном удалении летучих веществ и переходе волокна в оксидную форму с выделением хлористого водорода по реакции



Выделение тепла с пиком около температуры 850 °С свидетельствует о переходе оксидов из аморфного состояния в кристаллическое. Калориметрическая кривая показывает еще два экзотермических пика, которые не сопровождаются изменением массы образца. Вероятно, они соответствуют перестройке внутренней структуры образцов при нагреве.

Исследования изменения фазового состава, структуры и свойств полученных волокон проводили после обжига, при котором происходит переход материала в оксидную форму [19, 20]. Обжиг образцов проводили в открытой печи при контролируемой скорости нагрева. Для исследования выбраны температурные интервалы обжига, которым соответствуют пики на кривой ДСК. Проведен рентгенофазовый анализ образцов, полученных после обжига.

На рис. 5 приведены результаты рентгенограммы съемки образцов при $\text{Cu K}\alpha$ -излучении в интервале углов 2θ от 15 до 70 градусов. После обжига при 800 °С на рентгенограмме отсутствуют пики интенсивности отраженного излучения, что свидетельствует об аморфной структуре волокна.

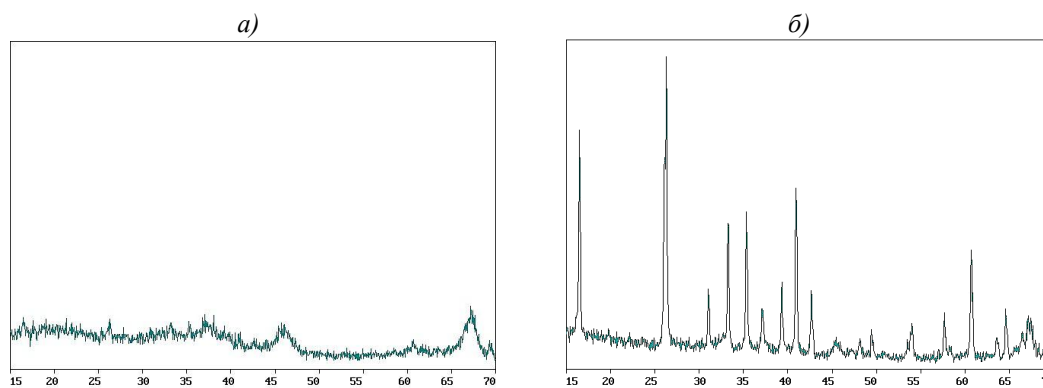


Рис. 5. Рентгенограммы образцов после обжига при температурах 800 (а) и 1200 °С (б)

При температурах от 800 до 900 °С происходит переход оксидов алюминия в кристаллическую форму, сопровождаемый выделением тепла. Рентгенофазовым анализом установлено, что при нагреве с увеличением температуры происходят следующие превращения оксида алюминия последовательно в η -фазу, затем в δ -, Θ -фазы и наиболее стабильную фазу $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. При температуре 1200 °С происходит реакция оксида алюминия с оксидом кремния с образованием муллита: $\text{SiO}_{2\text{ТВ}} + \text{Al}_2\text{O}_{3\text{ТВ}} \rightarrow 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. Экзотермический эффект на кривой ДСК при температуре 1250 °С может быть обусловлен перестройкой структуры, при которой происходит собирательная кристаллизация зерен муллита. При исследованиях непрерывных волокон методом оптической микроскопии в поляризованном свете установлено, что в процессе термообработки при температуре 1300 °С в структуре волокон наблюдается рост зерен – размер зерна становится соизмеримым с диаметром волокна (рис. 6).

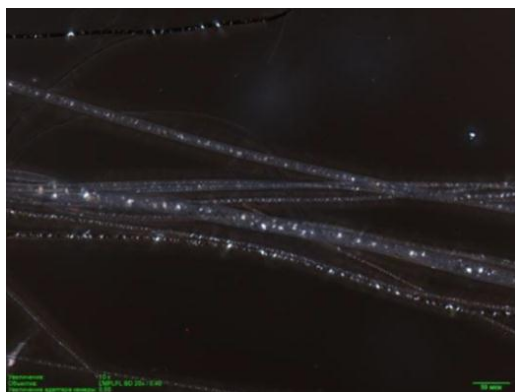


Рис. 6. Структура волокна после обжига при температуре 1300 °С (наблюдение в поляризованном свете)

Рост зерен в структуре первичных нитей в процессе термообработки влияет на их физико-механические свойства. Проведены исследования влияния режима обжига на разрывную нагрузку нити. Для испытаний разрывной нагрузки изготовлены образцы в виде первичной нити, получаемой после многократного параллельного сложения волокна. Нагрев образцов проводили с постоянной скоростью 100 °С/ч с выдержкой при температурах 700, 900 и 1280 °С в течение 1 ч. В таблице приведены средние значения результатов испытаний.

Свойства образцов первичной нити после обжига

Температура обжига, °С	Разрывная нагрузка нити (испытания при комнатной температуре), Н
700	10,2
900	14,42
1280	9,81

Испытания выявили, что при повышении температуры обжига с 700 до 900 °С происходит увеличение разрывной нагрузки нити, что, вероятно, связано с уменьшением аморфной фазы в волокне. При повышении температуры обжига с 900 до 1280 °С происходит значительный рост зерен и спекание оксидной керамики, что приводит к охрупчиванию и снижению разрывной нагрузки и прочности при изгибе первичных нитей. После обжига при 1280 °С хрупкое разрушение образцов наблюдали при изгибе радиусом <5 мм.

Таким образом, для изготовления гибких нитей, предназначенных для последующей переработки в текстильные изделия, целесообразно получать волокно с мелкозернистой кристаллической структурой, которая обычно формируется при обжиге в интервале температур от 850 до 1000 °С.

Для опробования текстильной переработки оксидных волокон в гибкие теплоизоляционные изделия изготовили партию волокна в виде первичной многофиламентной нити линейной плотностью 10 текс (рис. 7). Первичные нити обожжены при температуре 900 °С. При перемотке после обжига для повышения технологической прочности на нити наносили замасливатель для сплочения волокон в нити. В качестве замасливателя использовали два состава – спирто-канифольный замасливатель марки СКМ с функциями склеивания волокна после высыхания и замасливатель текстильный марки АВИБ-Б. После нанесения замасливателя первичная нить в обоих случаях стала более компактной, полностью отсутствовало распушение волокон.



Рис. 7. Паковки многофиламентной нити из волокон оксида алюминия

Испытания влияния замасливания на величину разрывной нагрузки нити из оксидных волокон приведены на рис. 8. Результаты показали, что замасливание повышает разрывную нагрузку от значений ~100 г до значений 450 и 650 г. Причем более высокое значение разрывной нагрузки после использования замасливателя СКМ можно отнести на счет более прочного склеивания волокон.

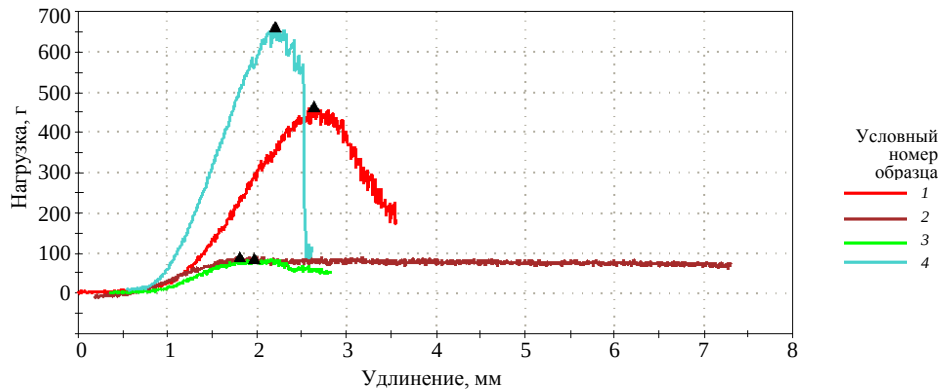


Рис. 8. Влияние замасливания на разрывную нагрузку нити из оксидных волокон для образцов без замасливателя (2, 3) и с замасливателями АВИБ-Б (1) и СКМ (4)

Анализ диаграмм растяжения также показывает, что удлинение при растяжении до обрыва нитей практически не отличается относительно исходной незамасленной нити. Это свидетельствует о том, что замасливатели не оказывают влияния на пластичность волокон и нити в целом. Испытания при изгибе показали, что образцы нити после замасливания склеивающим замасливателем СКМ выдерживают испытания только при большем радиусе изгиба (5 мм), по сравнению с 2 мм для замасливателя АВИБ-Б. Вероятно, это различие определяется хрупкостью спирто-канифольной смеси после высыхания.

После нанесения замасливателя первичные нити линейной плотностью 10 текс перерабатывали на тростильно-крутильном оборудовании в трощено-крученые нити плотностью 300 текс путем многократного сложения первичных нитей с последовательным кручением промежуточных стренг в противоположных направлениях.

Опробование плетения на шнуроплетельной машине даже при самых малых скоростях с минимальным натяжением показало, что несмотря на замасливание в нитях наблюдается значительное количество обрывов волокон в местах трения при прохождении по узлам машины.

Для решения проблемы обрывов волокон при текстильной переработке используют два технологических подхода:

- подбор состава более эффективного замасливателя;
- введение в состав дополнительных более прочных и гибких нитей при трощении и кручении [21].

В данной работе для защиты термостойкой нити из оксидных волокон от нагрузок к ней были добавлены вспомогательные органические полиэфирные нити. Причем часть из них располагали вдоль керамических волокон для защиты от растягивающей нагрузки, а другой частью обматывали обе нити снаружи для защиты от истирания при плетении. Впоследствии при необходимости вспомогательные полиэфирные нити могут быть легко удалены при низкотемпературном обжиге.

Полученную таким образом комплексную керамическую нить из непрерывного волокна на основе оксида алюминия, упрочненную вспомогательными нитями, использовали для получения плетеного шнура на промышленном шнуроплетельном станке.

На рис. 9 показан образец теплоизоляционного уплотнительного шнура с оплеткой из нитей на основе тугоплавких оксидов для применения при температуре $>1200\text{ }^{\circ}\text{C}$.



Рис. 9. Образец гибкого уплотнительного шнура с оплеткой из термостойких оксидных нитей

Заключения

Необходимым требованием получения гибких непрерывных нитей из керамических волокон на основе тугоплавких оксидов алюминия и кремния является получение волокон средним диаметром не более 10 мкм.

Исследования процессов, проходящих при нагреве волокон, показало, что переход материала в оксидную форму завершается при температуре не менее $750\text{ }^{\circ}\text{C}$. При повышении температуры нагрева волокон происходит кристаллизация с последовательным образованием переходных фаз до образования стабильной фазы оксида $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. При последующем нагреве происходит реакция с оксидом кремния с образованием высокотемпературного муллита. Испытания механических свойств образцов волокна с аморфной структурой показали низкий уровень прочности. При переходе к кристаллической структуре разрывная нагрузка и гибкость волокон возрастают. Оптическими исследованиями показано, что чрезмерный нагрев $>1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ приводит к росту зерна. Волокно со структурой, в которой размер зерен соизмеримым с его диаметром, имеет низкую прочность при растяжении, так как оно хрупкое при изгибе.

На основе полученных результатов проведен обжиг многофиламентных первичных нитей для текстильной переработки. Нанесение замасливателей позволило повысить разрывную нагрузку нитей благодаря уменьшению распушенности и получению более плотной нити. Опробование применения замасленных нитей для переработки показало их высокую обрывность. Введение в состав трощено-крученой нити вспомогательных нитей из органических волокон позволило создать защиту нитей из оксидных волокон от механического воздействия при переработке. С использованием вспомогательных нитей на шнуроплетельном оборудовании изготовлены образцы гибкой уплотнительной изоляции с внешней оплеткой из волокон тугоплавких оксидов.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. №2 (14). С. 16–21.
2. Доспехи для «Бурана». Материалы и технологии ВИАМ для МКС «Энергия–Буран» / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука и жизнь, 2013. 128 с.
3. Каблов Е.Н. Становление отечественного космического материаловедения // Вестник РФФИ. 2017. №3. С. 97–105.

4. Бучилин Н.В., Прагер Е.П., Ивахненко Ю.А. Влияние пластифицирующих добавок на реологические характеристики шликеров для получения пористых керамических материалов на основе оксида алюминия // Труды ВИАМ. 2016. №8 (44). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-6-6.
5. Волокна из оксидной керамики: пат. 2396388 Рос. Федерация; заявл. 10.02.10; опубл. 10.08.10.
6. Балинова Ю.А. Непрерывные поликристаллические волокна оксида алюминия для композиционных материалов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М.: ВИАМ, 2012. 19 с.
7. Степанова Е.В., Зимичев А.М. Теплоизоляционный материал для шнуров из волокон тугоплавких оксидов // Труды ВИАМ. 2020. №2 (86). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-72-80.
8. Афанасов И.М., Лазорак Б.И. Высокотемпературные керамические волокна. М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2010. 51 с.
9. Балинова Ю.А., Кириенко Т.А. Непрерывные высокотемпературные оксидные волокна для теплозащитных, теплоизоляционных и композиционных материалов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. №4. С. 24–29.
10. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А. Получение, структура и прочность волокон Al_2O_3 // Тр. Междунар. конф. «Теория и практика технологий производства изделий из композиционных материалов и новых металлических сплавов». М., 2003. С. 194–196.
11. Способ получения высокотемпературного волокна на основе оксида алюминия: пат. 2212388 Рос. Федерация; заявл. 19.11.01; опубл. 20.09.03.
12. Способ получения поликристаллических неорганических волокон: пат. 2170293 Рос. Федерация; заявл. 16.07.99; опубл. 10.07.01.
13. Methods of producing a ceramic matrix composite: pat. US7153379; filed 15.10.04; publ. 26.12.06.
14. Process for producing alumina fiber or alumina-silica fiber: pat. US4101615; filed 20.08.75; publ. 18.07.78.
15. Sizing composition especially for sizing glass fibers comprises a monomer mixture comprising an isocyanate, an alcohol and optionally an amine: pat. FR2839968; filed 22.05.02; publ. 28.11.03.
16. Зимичев А.М., Варрик Н.М., Сумин А.В. Исследование процесса экструзии непрерывных тугоплавких волокон // Труды ВИАМ. 2017. №1 (49). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.06.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-6-6.
17. Пакшвер А.Б. Физико-химические основы технологии химических волокон. М.: Химия, 1972. С. 152–192.
18. Зябицкий А. Теоретические основы формования волокон. М.: Химия, 1979. С. 479–494.
19. Бучилин Н.В., Люлюкина Г.Ю., Варрик Н.М. Влияние режима обжига на структуру и свойства высокопористых керамических материалов на основе муллита // Труды ВИАМ. 2017. №5 (53). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-4-4.
20. Евтеев А.А. Некоторые аспекты разработки оптимальных режимов обжига керамических композиций, содержащих эвтектические добавки // Труды ВИАМ. 2016. №2 (38). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.09.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-12-12.
21. Зимичев А.М., Варрик Н.М., Сумин А.М. Нити из тугоплавких оксидов для уплотнительной теплоизоляции // Труды ВИАМ. 2015. №6. Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-6-5-5.